

จิตติมา ทิสุวรรณ : การเตรียมและวิเคราะห์สารเชิงซ้อน เบตา-ไดคีโตนพ ไพราโซลของ
โคบอลต์และนิกเกิล (PREPARATION AND CHARACTERIZATION OF
 β -DIKETONATE PYRAZOLE COMPLEXES WITH COBALT AND NICKEL)
อาจารย์ที่ปรึกษา : รองศาสตราจารย์ ดร. เก็นเน็ท เจ แสลดอร์, 88 หน้า.

งานวิจัยนี้มุ่งเน้นที่การเตรียมลิแกนด์ไพราโซลที่มีหมู่แทนที่ในตำแหน่งที่ 3 และ 5 และ
ลิแกนด์เบตา-ไดคีโตนพ และการเกิดสารประกอบเชิงซ้อนผสมของลิแกนด์ทั้งสองกับโคบอลต์
และนิกเกิลผลิตภัณฑ์ของลิแกนด์ผสมทำให้บริสุทธิ์ได้ด้วยการตกผลึกโดยปล่อยให้ตัวทำละลาย
ผสมของ CH_2Cl_2 และ MeOH ที่อุณหภูมิห้อง ผลิตภัณฑ์ที่ได้จาก 8 ปฏิริยาที่ประสบผลสำเร็จซึ่ง
เป็นสารประกอบเชิงซ้อนของ 1,3-diphenylpropane-1,3-dione กับโลหะ {โลหะ = โคบอลต์,
นิกเกิล} ด้วยลิแกนด์ไพราโซลที่มีหมู่แทนที่ในตำแหน่งที่ 3 และ 5 {3,5-dimethylpyrazole
(Hpz^{Me_2}), 3,5-diphenylpyrazole (Hpz^{Ph_2}), 3,5-bis(trifluoromethyl)pyrazole ($\text{Hpz}^{(\text{CF}_3)_2}$) และ
3,5-di-*tert*-butylpyrazole ($\text{Hpz}^{(t\text{-Bu})_2}$)} เป็นสารใหม่จากทั้งหมด 24 ปฏิริยาซึ่งเก็บในสารละลาย
ผสม นำมาแยกและพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานฟอร์มอินฟราเรด อัลตราไวโอเลต-
วิสิเบิล โปรตอน-นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรสโกปี และการวิเคราะห์เชิงความร้อน

สีของผลึกของโคบอลต์คือแดง/ส้ม และผลึกของนิกเกิลคือเขียว สเปกตรอินฟราเรดและ
อิเล็กตรอนิกส์ของผลิตภัณฑ์แตกต่างจากสารตั้งต้นอย่างมีนัยสำคัญ การเปรียบเทียบระหว่าง
สารประกอบเชิงซ้อนของโคบอลต์และนิกเกิลพบว่าไม่มีการเปลี่ยนแปลงอย่างมีนัยสำคัญใน
คุณสมบัติทางสเปกโทรสโกปี สเปกตรอินฟราเรดแสดงแบนด์ที่มีลักษณะเฉพาะของคีเลตติงใน
dbm และบริดจิงในไพราโซล สเปกตรอิเล็กตรอนิกส์แสดงค่า λ_{max} ในสองและสามแบนด์สำหรับ
สารประกอบเชิงซ้อนเหล่านี้ ในขณะที่สารตั้งต้นแสดงเพียงหนึ่งแบนด์ สเปกตรโปรตอน-
นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ แสดงให้เห็นว่าโลหะโคออร์ดิเนตกับน้ำ dbm และไพราโซล การ
เปลี่ยนแปลงที่สำคัญในสารประกอบเชิงซ้อนแบบโมโนเมอร์ของนิกเกิลไพราโซล
 $[\text{Ni}(\text{dbm})_2(\text{Hpz}^{\text{R}^2})_2]$ คือลักษณะแบนด์ของ N-H สเตอร์ทิงในลิแกนด์ไพราโซลแบบโมโน-
เดนเทตที่มีหมู่แทนที่เป็นเมทิล และที-บิวทิล และการเกิดเป็นบริดจิงไพราโซลในโครงสร้างแบบ
ไดเมอร์ในสารประกอบเชิงซ้อนอีกหกตัว $[\text{M}_2(\text{dbm})_2(\mu\text{-pz}^{\text{R}^2})_2(\text{H}_2\text{O})_4]$ ซึ่งการระบุสูตร
สอดคล้องกับผลของการวิเคราะห์เชิงความร้อน

JITTIMA THISUWAN : PREPARATION AND CHARACTERIZATION
OF β -DIKETONATE PYRAZOLE COMPLEXES WITH COBALT AND
NICKEL. THESIS ADVISOR : ASSOC. PROF. KENNETH J. HALLER,
Ph.D. 88 PP.

COBALT/NICKEL/PYRAZOLE LIGANDS/ β -DIKETONATE LIGANDS/MIXED LIGANDS

The research focused on the preparation of 3,5-disubstituted pyrazole and β -diketonate ligands and formation of their mixed complexes with cobalt and nickel. The mixed ligand products were purified by recrystallization by slow evaporation at room temperature from CH_2Cl_2 :MeOH solutions. Products from the eight successful reactions of 1,3-diphenylpropane-1,3-dione metal complexes {metal = cobalt, nickel} with 3,5-disubstituted pyrazoles {3,5-dimethylpyrazole (Hpz^{Me_2}), 3,5-diphenylpyrazole (Hpz^{Ph_2}), 3,5-bis(trifluoromethyl)pyrazole ($\text{Hpz}^{(\text{CF}_3)_2}$), and 3,5-di-*tert*-butylpyrazole ($\text{Hpz}^{(t\text{-Bu})_2}$)}, obtained from 24 attempted reactions stored in their mother liquor, were isolated and were characterized by FT-IR, UV-Vis, ^1H NMR, and TGA techniques.

The color of the adduct crystals is red/orange for cobalt and green for nickel. The infrared and electronic spectra of the products are significantly different from those of the starting materials. Comparison of the spectra of the cobalt and nickel complexes indicates their similarity. The infrared spectra show characteristic bands of chelating dbm and pyrazole ligands. The electronic spectra give two and three bands for product complexes, while the starting materials show only one band in their spectra. ^1H NMR spectra are consistent with metal coordinated with water, dbm, and

pyrazole. The major differences are attributed to bands for N–H stretching in the monodentate pyrazole ligand of the monomeric methyl and *t*-butyl substituted pyrazolyl nickel complexes, $[\text{Ni}(\text{dbm})_2(\text{Hpz}^{\text{R}2})_2]$, and their lack in the bridging pyrazoles of the dimeric structures, $[\text{M}_2(\text{dbm})_2(\mu\text{-pz}^{\text{R}2})_2(\text{H}_2\text{O})_4]$, of the other six complexes. The assigned formula are consistent with thermal analysis results.

School of Chemistry

Academic Year 2010

Student's Signature_____

Advisor's Signature_____